

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 63253068
PUBLICATION DATE : 20-10-88

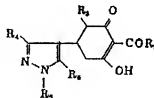
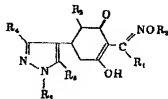
APPLICATION DATE : 10-04-87
APPLICATION NUMBER : 62088304

APPLICANT : NIPPON NOHYAKU CO LTD;

INVENTOR : OKAWA KATSUMASA;

INT.CL. : C07D231/12 A01N 43/56 C07D231/16
C07D231/18 C07D231/20 C07D231/38

TITLE : CYCLOHEXENE DERIVATIVE,
PRODUCTION THEREOF, HERBICIDE
AND WEEDING METHOD



ABSTRACT : NEW MATERIAL: A compound expressed by formula I [R_1 is alkyl; R_2 is (halo) alkyl, (halo)alkenyl or (halo)alkinyl; R_3 is H, alkyl, alkylthio or alkoxy carbonyl; R_4 is alkyl or phenyl; R_5 is alkyl or (halogen or alkylsubstituted) phenyl; R_6 is halogen, alkyl, alkylsulfanyl, mono- or dialkylamino, phenoxy, etc.] or salt thereof.

EXAMPLE: 5-(5-Chloro-1, 3-dimethylpyrazol-4-yl)-2-(1-ethoxyiminopropyl)-3-hydroxy-2-cyclohexene-1-one.

USE: A herbicide exhibiting excellent selectivity to soybean or wheat.

PREPARATION: For example, a compound expressed by formula II is reacted with a compound expressed by the formula R_2ONH_2 to provide the aimed compound expressed by formula I.

●特許出國公關

⑫ 公開特許公報 (A)

昭63-253068

⑤ In_2Cl_4

識別記号

片内整理番号

③公開 昭和63年(1998)10月20日

C 07 D 231/12
A 01 N 43/56

6529-4C

C-7215-4H

D-7215-4H

6529-4C
8620-4C

6529-4C

5529-4C

審査請求	未請求	発明の数	（全27頁）
1	1	1	1
2	2	2	2
3	3	3	3
4	4	4	4
5	5	5	5
6	6	6	6
7	7	7	7
8	8	8	8
9	9	9	9
10	10	10	10
11	11	11	11
12	12	12	12
13	13	13	13
14	14	14	14
15	15	15	15
16	16	16	16
17	17	17	17
18	18	18	18
19	19	19	19
20	20	20	20
21	21	21	21
22	22	22	22
23	23	23	23
24	24	24	24
25	25	25	25
26	26	26	26
27	27	27	27

④発明の名称 シクロヘキセン誘導体及びその製造方法並びに除草剤並びに除草方
法

特 照 62-85304

出 版 第62(1987) 4月10日

名	明	著	派	口	評	
姓	河	野	榮			京都府京都市伏見区深草堀田町10-1, A804
名	高	石	日	出	男	兵庫県西宮市丁川谷合野町7-20
姓	高	石	日	出	男	兵庫県西宮市甲子園6番地12-22
名	廣	洲			正	大阪府河内市長野井本多町5-6
姓	大	河	脚	金		大阪府河内市長野井向野町625-16
名	日本	農	株	式	会	東京都中央区日本橋1丁目2番5号外 池田中央
姓	人	人	理	士	公	

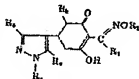
७ ३ ४

1. 冠明の名義

シクロヘキセン誘導体及びその製造方法並びに
に新薬剤並びに調製方法。

2 特許請求の範囲

例 一般式出:



(式中、 R_1 は炭素原子数 1~5 のアルキル基を示し、 R_2 はハロゲン原子によって置換されてもよい炭素原子数 1~5 のアルキル基、ハロゲン原子によって置換されてもよい炭素原子数 3~5 のアルケニル基又は炭素原子数 3~5 のアルキニル基を示し、 R_3 は水素原子、炭素原子数 1~5 のアルキル基、炭素原子数 1~5 のアルキルチオ基又はアルキル基の炭

炭原子数が1～5のアルカンジオールを所し、 R_1 は炭素原子数1～5のアルカン基又はフェニル基を所し、 R_2 は炭素原子数1～5のアルカン基又はハロゲン原子又は炭素原子数1～5のアルカン基で置換されても良いフェニル基を所し、 R_3 はハロゲン原子、炭素原子数1～5のアルカン基、炭素原子数1～5のアルコキシ基、炭素原子数1～5のアルキルチオ基、炭素原子数1～5のアルキルアミノ基、炭素原子数1～5のアルキルニル基、アルキル基の炭素原子数が1～5で同一でも異っても良いメチル又はエチルアルキル基、フェノキシ基、ハロゲン原子及び/又は炭素原子数1～5のアルカン基で置換されたフェノキシ基、又はフェニルチオ基を所す。

て扱われぬシクロヘキセン誘導体又はその塩。

(例) R_1 が炭素原子数1~5のアルキル基であり、
 R_2 が炭素原子数1~5のアルキル基又はハロ
 ゲン原子によって置換されてもよい炭素原子

数1~5のアルキル基であり、 R_1 が水素原子、炭素原子数1~5のアルキル基又はアルキル基の炭素原子数1~5のアルコキシカルボニル基であり、 R_2 が炭素原子数1~5のアルキル基であり、 R_3 が炭素原子数1~5のアルキル基又はフェニル基であり、 R_4 がヘロゲン原子、炭素原子数1~5のアルキル基、炭素原子数1~5のアルコキシ基又は炭素原子数1~5のアルキルチオ基である特許請求の範囲第1項記載のシクロヘキセン誘導体又はその塩。

- (3) R_1 がエチル基又はn-プロピル基であり、 R_2 がエチル基、プロピル基、ブチル基又はクロロプロピル基であり、 R_3 が炭素原子又はアルキル基の炭素原子数が1~5のアルコキシカルボニル基であり、 R_4 がメチル基又はエチル基であり、 R_5 がメチル基又はフェニル基であり、 R_6 が塩素原子、メチル基、メトキシ基、メチルチオ基である特許請求の範囲第2項記載のシクロヘキセン誘導体又はその塩。

る特許請求の範囲第3項記載の化合物。

- (4) $5-(3-クロロ-1,3-ジメチルビラゾール-4-イル)-2-(1-エトキシイミノプロピル)-5-ヒドロキシ-2-シクロヘキセン-1-オン$ 又はその塩である特許請求の範囲第3項記載の化合物。
- (5) $5-(5-クロロ-1,3-ジメチルビラゾール-4-イル)-2-(1-(3-クロロ-2-プロペニルオキシイミノ)プロピル)-5-ヒドロキシ-2-シクロヘキセン-1-オン$ 又はその塩である特許請求の範囲第3項記載の化合物。
- (6) $4-(5-クロロ-1,3-ジメチルビラゾール-4-イル)-5-(1-エトキシイミノプロピル)-5-ヒドロキシ-2-オキソ-3-シクロヘキセンカルボキシメチルエステル$ 又はその塩である特許請求の範囲第4項記載の化合物。
- (7) $2-(1-エトキシイミノプロピル)-5-ヒドロキシ-5-(1,3,5-トリメチルビラゾール-4-イル)-2-シクロヘキセン-1-オン$ 又はその塩である特許請求の範囲第5項記載の化合物。

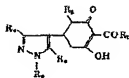
基。

- (8) $5-(5-クロロ-1,3-ジメチルビラゾール-4-イル)-2-(1-エトキシイミノプロピル)-5-ヒドロキシ-2-シクロヘキセン-1-オン$ 又はその塩である特許請求の範囲第5項記載の化合物。
- (9) $5-(5-クロロ-5-メチル-1-フェニルビラゾール-4-イル)-2-(1-エトキシイミノプロピル)-3-ヒドロキシ-2-シクロヘキセン-1-オン$ 又はその塩である特許請求の範囲第5項記載の化合物。
- (10) $5-(5-クロロ-5-エチル-1-メチルビラゾール-4-イル)-2-(1-エトキシイミノプロピル)-3-ヒドロキシ-2-シクロヘキセン-1-オン$ 又はその塩である特許請求の範囲第5項記載の化合物。

ラゾール-4-イル)-2-シクロヘキセン-1-オン又はその塩である特許請求の範囲第5項記載の化合物。

- (11) $2-(1-エトキシイミノプロピル)-5-ヒドロキシ-5-(5-メトキシ-1,3-ジメチルビラゾール-4-イル)-2-シクロヘキセン-1-オン$ 又はその塩である特許請求の範囲第5項記載の化合物。
- (12) $2-(1-エトキシイミノプロピル)-3-ヒドロキシ-5-(5-メトキシ-3-メチル-1-フェニルビラゾール-4-イル)-2-シクロヘキセン-1-オン$ 又はその塩である特許請求の範囲第5項記載の化合物。
- (13) $5-(5-クロロ-1,3-ジメチルビラゾール-4-イル)-2-(1-エトキシイミノプロピル)-3-ヒドロキシ-4-メチル-2-シクロヘキセン-1-オン$ 又はその塩である特許請求の範囲第5項記載の化合物。

一投式(4)：



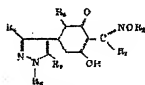
(8)

(式中、 R_1 は炭素原子数1～5のアルキル基を示し、 R_2 は水素原子、炭素原子数1～3のアルキル基、炭素原子数1～5のアルキルチオ基又はアルキル基の炭素原子数が1～5のアルコキシカルボニル基を示し、 R_3 は炭素原子数1～5のアルキル基又はフェニル基を示し、 R_4 は炭素原子数1～6のアルキル基又はハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアルキル基で置換されてもよいフェニル基を示し、 R_5 はハロゲン原子、炭素原子数1～5のアルキル基、炭素原子数1～5のアルコキシ基、炭素原子数1～3のアルキルチオ基、炭素原子数1～5のアルキルチオエーテル基、アルキル基の炭素原子数が1～3で同一でも異ってもよいセノ基又はシアルキルアミノ基、フェノキ

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 及び R_6 は前記に同じ。)

で表わされるシクロヘキセン誘導体又はその塩の製造方法。

06 一般式(II)：



(II)

(式中 R_1 は炭素原子数1～5のアルキル基を示し、 R_2 はハロゲン原子によって置換されてもよい炭素原子数1～5のアルキル基、ハロゲン原子によって置換されてもよい炭素原子数3～5のアルケニル基又は炭素原子数3～5のアルキニル基を示し、 R_3 は水素原子、炭素原子数1～3のアルキル基、炭素原子数1～5のアルキルチオ基又はアルキル基の炭素原子数が1～3のアルコキシカルボニル基を

示し、 R_4 は炭素原子数1～5のアルキル基又はフェニル基を示し、 R_5 は炭素原子数1～5のアルキル基又はハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアルキル基で置換されてもよいフェニル基を示し、 R_6 はハロゲン原子、炭素原子数1～5のアルキル基、炭素原子数1～5のアルコキシ基、炭素原子数1～3のアルキルチオ基、アルキル基の炭素原子数が1～3で同一でも異ってもよいセノ基又はシアルキルアミノ基、フェノキシ基、ハロゲン原子及び/又は炭素原子数1～5のアルキル基で置換されたフェノキシ基、又はフェニルチオ基を示す。)

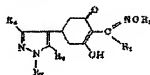
で表わされる化合物を塩基の存在下、一般式(II)：



(9)

(式中、 R_2 はハロゲン原子によって置換されてもよい炭素原子数1～5のアルキル基、ハロゲン原子によって置換されてもよい炭素原子数3～5のアルケニル基又は炭素原子数3～5のアルキニル基を示す。)

で表わされる化合物を反応させることを特徴とする一般式(II)：



(II)

示し、 R_1 は炭素原子数1～5のアルキル基又はフェニル基を示し、 R_2 は炭素原子数1～5のアルキル基又はハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアルキル基で置換されてもよいフェニル基を示し、 R_3 はハロゲン原子、炭素原子数1～5のアルキル基、炭素原子数1～5のアルコキシ基、炭素原子数1～5のアルキルチオ基、アルキル基の炭素原子数が1～3で同一でも異ってもよいセノ基又はシアルキルアミノ基、フェノキシ基、ハロゲン原子及び/又は炭素原子数1～5のアルキル基で置換されたフェノキシ基、又はフェニルチオ基を示す。)

で表わされるシクロヘキセン誘導体又はその塩を有効成分として含有することを特徴とする組成物。

特 一般式(II)において、 R_1 が炭素原子数1～5のアルキル基であり、 R_2 が炭素原子数1～5のアルキル基、ハロゲン原子によって置換さ

たても良い炭素原子数1~5のアルケニル基であり、 R_2 が水素原子、炭素原子数1~5のアルケニル基又はアルケニル基の炭素原子数1~5のアルコキシカルボニル基であり、 R_3 が炭素原子数1~5のアルケニル基であり、 R_4 が炭素原子数1~5のアルケニル基又はフェニル基であり、 R_5 がヘロゲン原子、炭素原子数1~5のアルケニル基、炭素原子数1~5のアルコキシ基又は炭素原子数1~5のアルケニル基でありシクロヘキセン誘導体又はその塩を有する成分と含有することを特徴とする炭素原子数の範囲1~6の環状の炭素化合物。

あるシクロヘキセン誘導体又はその塩を有効成分として含有することを特徴とする殺菌剤。その殺菌剤は、1,7-環化の除草剤。

四 有効成分が 5-(5-クロロ-1,3-ジメチルピラゾール-4-イル)-2-(1-エトキシイミノプロピル)-3-ヒドロキシ-2-シクロヘキサノン-1-オン又はその塩である医薬組成物の製剤として、遊離塩基の塩である。

② 有効成分は 3-(1, 3-ジメチル-4-メチルナオビラジール-4-イル)-2-(1-エトキシイソプロピル)-3-ヒドロキシ-2-シクロヘキセン-1-オン又はその塩である。特許請求の範囲第 1 項記載の塩である。

例) 重合単位が 5-(5-クロロ-3-メチル-1-フェニルピラゾール-4-イル)-2-(3-エトキシイミダゾビル)-5-ヒドロキシ-2-シクロヘキセン-1-オン又はその塩である特許請求の範囲第18項記載の化合物。

例 有機化合物は $5 = (5 - \text{クロロ} - 3 - \text{エチル} - 1 - \text{メチルピラゾール} - 4 - \text{イル}) - 2 - (1 - \text{エトキシイソプロピル}) - 3 - \text{ヒド} - \text{コキシ} - 2 - \text{シクロヘキセン} - 1 - \text{オン}$ 又はセロ超である符号体系の範囲第18項記載の略記法。

石炭成分は、(5-クロロ-1,5-ジメチルピラゾール-4-イル)-2-(1-クロルオキシイミノプロピル)-5-ヒドロキシ-3-シクロヘキセン-1-オン又はその塩である。特許第1646号の公報を参照せよ。

06 有効成分が5-(5-クロロ-1,5-ジメチルピラゾール-4-イル)-2-{1-(5-クロロ-2-プロペルオキシエチル)-3-ヒドロキシ-2-ヘキソヘキシル-1-オキシエチル}の塩である特許請求の範囲第1項記載の化合物

(四) 有解試分が $\delta = \{ \delta_1 - \delta_2, \delta_3 - \delta_4, \dots, \delta_{n-1} - \delta_n \}$

エトキシイミノブチル}- α -ヒドロキシ-
2-オキソ-3-オキシプロヘンカルボン酸
メチルエステル又はその塩である毎群請求の
範囲第18項記載の酸塩基。

(例) 有効成分が 2-(1-エトキシイミノプロ
ル)-3-ヒドロキシ-5-(1,3,5-ニトロ
リメチルピラゾール-4-イル)-2-シク
ロヘキセニ-1-オン又はその塩である特許
請求の範囲に 10 項記載の除草剤。

例) 有素成分が $2 = (1 = \text{ニトキシイノブチル}) - 3 = \text{ヒドロキシ} - 5 = (5 = \text{メトキシ} - 1, 5 = \text{ジメチルピラゾール} - 4 = \text{イル}) - 2 = \text{シクロヘキセン} - 1 = \text{オン}$ 又はその塩である化合物の例として、第15項記載の化合物。

20 万陽成分が 2-(1-エトキシイミダゾール)-5-ヒドロキシ-6-(5-メトキシ-3-メチル-1-フェニルピラゾール-4-イル)-2-シクロヘキセン-1-オン又はその塩である特許請求の範囲第 10 項記載の化合物。

例 有効成分が 5-(5-クロロ-1, 5-ジメチルピラゾール-6-イル)-2-(1-エトキシイミダゾビル)-5-ヒドロキシ-4-メチル-2-シクロヘキセン-1-オン又はその塩である特許請求の範囲第 17 項記載の除菌剤。

例 燻作用である特許請求の範囲第 14 項記載の除菌剤。

例 出芽前処理用である特許請求の範囲第 30 項記載の除菌剤。

例 出芽後処理用である特許請求の範囲第 31 項記載の除菌剤。

例 大豆用又は小豆用である特許請求の範囲第 31 項記載の除菌剤。

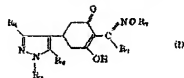
例 大豆用又は小豆用である特許請求の範囲第 32 項記載の除菌剤。

例 腐土しかるの腐敗から植物を保護するため一般式(II)：

5 のアルコキシ基、炭素原子数 1~5 のアルキルチオ基、炭素原子数 1~5 のアルキルエルフニル基、アルキル基の炭素原子数が 1~5 で同一でも異ってもよいモノ又はジアルキルアミノ基、フェノキシ基、ハロゲン原子及び/又は炭素原子数 1~5 のアルキル基で置換されたフェノキシ基、又はフェニルチオ基を示す。)。

で置けられるシクロヘキセン誘導体又はその塩を有効成分として含有する除菌剤を有効成分量として 1g/メーブル当り 0.01g~5.0g 施すことを特徴とする除菌方法。

例 R_1 が炭素原子数 1~5 のアルキル基であり、 R_2 が炭素原子数 1~5 のアルキル基、ハロゲン原子によって置換されてもよい炭素原子数 3~5 のアルケニル基であり、 R_3 が炭素原子数 1~3 のアルキル基又は炭素原子数 1~3 のアルコキシカルボニル基であり、 R_4 が炭素原子数 1~5 のアルキル基であり、 R_5 が炭素原子数 1~5 のアル



(式中、 R_1 は炭素原子数 1~5 のアルキル基を示し、 R_2 はハロゲン原子によって置換されてもよい炭素原子数 1~5 のアルキル基、ハロゲン原子によって置換されてもよい炭素原子数 3~5 のアルケニル基又は炭素原子数 3~4 のアルケニル基を示し、 R_3 は炭素原子数 1~3 のアルキル基、炭素原子数 1~3 のアルコキシカルボニル基を示し、 R_4 は炭素原子数 1~5 のアルキル基又はフェニル基を示し、 R_5 は炭素原子数 1~5 のアルキル基又はハロゲン原子又は炭素原子数 1~5 のアルキル基で置換されてもよいフェニル基を示し、 R_6 はハロゲン原子、炭素原子数 1~5 のアルキル基、炭素原子数 1~

アル基又はフェニル基であり、 R_7 がハロゲン原子、炭素原子数 1~5 のアルキル基、炭素原子数 1~5 のアルコキシ基又は炭素原子数 1~5 のアルキルチオ基である特許請求の範囲第 5 項記載の除菌方法。

例 燻作用に基ずく特許請求の範囲第 15 項記載の除菌方法。

例 出芽前に施す特許請求の範囲第 30 項記載の除菌方法。

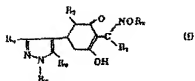
例 出芽後に施す特許請求の範囲第 31 項記載の除菌方法。

例 作物が大豆又は小豆である特許請求の範囲第 31 項記載の除菌方法。

例 作物が大豆又は小豆である特許請求の範囲第 32 項記載の除菌方法。

5 具体の除菌剤を説明

本発明は一般式(II)：



(式中、 R_1 は炭素原子数1～5のアシル基を示し、 R_2 はハロゲン原子によって置換されても良い炭素原子数1～5のアシル基、ハロゲン原子によって置換されても良い炭素原子数1～5のアルケル基又は炭素原子数3～4のアルケニル基を示し、 R_3 は水素原子、炭素原子数1～5のアシル基、炭素原子数1～5のアルケル基又はアルケニル基の炭素原子数1～3のアルコキシカルボニル基を示し、 R_4 は炭素原子数1～5のアシル基又はフッ素基を示し、 R_5 は炭素原子数1～5のアシル基又はハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアシル基で置換されても良いフッ素基を示し、 R_6 はハロゲン原子、炭素原子数1～5のアシル基、炭素原子数1～5のアルコキシ基、炭素原子数1～

5のアルケル基、炭素原子数1～5のアルケニル基、アルケル基の炭素原子数が1～3で同一でも異っても良いモノ又はジアリル基、アミノ基、フェノキシ基、ハロゲン原子及び/又は炭素原子数1～5のアシル基で置換されたフェノキシ基、又はフッ素基を示す。)

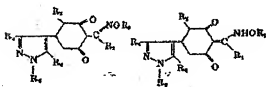
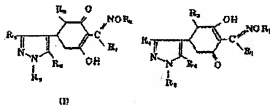
で置換されるシクロヘキセン誘導体又はその塩及びその製造方法並びに除草剤並びに除草剤に使用するものである。

シクロヘキセン誘導体が除草剤として有用であることは特公開57-8097号公報、特開昭57-207555号公報等に記載されている。

しかしながら本発明者等は、除草強性が相強され作物と有害雑草との選択性のある実用な除草剤を開発研究し、一般式(II)で置換される化合物が文献未記載の新鋭化合物で強い除草活性を有し、大豆等にすぐれた選択性を有することを見出し、本発明を発見させたものである。

本発明の一般式(II)で置換されるシクロヘキセ

ン誘導体は下記に示す互変異性体を示し、本発明はこれらの互変異性体をも包含するものである。



本発明の一般式(II)で置換されるシクロヘキセン誘導体の互変異性体としては例えば次の如きものがあげられる：

R_1 の置換基としては、例えばメチル、エチル、n-プロピル、i-プロピル、n-ブチル、i-ブチル、n-ペンチル、i-ペンチル、ベンチル等のアルキル基等を示すことができ、メチル基又はn-プロピル基が好ましい。

R_2 の置換基としては、例えば R_1 で示されるアルキル基の飽和、クロロメチル、ジクロロメチル、トリクロロメチル、クロロエチル、クロロプロピル、クロロブチル、クロロペンチル、ブロモメチル、ブロモエチル、ブロモプロピル、ブロモブチル、ブロモペンチル、フッロメチル、ジフッロメチル、トリフッロメチル、フッロエチル、ジフッロエチル、トリフッロエチル、テトラフッロエチル、クロロプロピル、クロロブチル、クロロペンチル等のヘロアルキル基、ブロメチル、ブチル、ペンチル等のアルキル基、クロロブロメチル、ブロキブロメチル、ブロブブロメチル、クロロブチル、ブロブブチル、ブロブブチル、ブロブブチル等のアル

ケニル基、プロピニル、ブチニル、ペンチニル等のアルケニル基等の置換基を示すことと規定でき、好ましくはエチル基、プロペニル基、ブチニル基、オロロプロペニル基が良い。

知の性質としては、例えば水素原子、メチル、ニチル、ロープロピル、イソプロピル等のアルキル基、フェニル基、ニチル基、ロープロピル基、イソプロピル基等のアルキル基、メトキシカルボニル基、ニトキシカルボニル基、ロープロキシカルボニル基、イソプロキシカルボニル基等のアルキル基カルボニル基を例示することとでき、水素原子、メチル基、メトキシカルボニル基、ニトキシカルボニル基が好ましい。

R_1 の雙換元としては、例えば R_1 で明示のアルナル素、フェル素を明示することができ、好ましくはメナル素、エナル素が挙げられる。

R_2 の族類名としては、例えば R_1 で代表のアルヤル基、フェニル基、タロロフェニル、ジタロロフェニル、プロモフェニル、ブロロフェニル

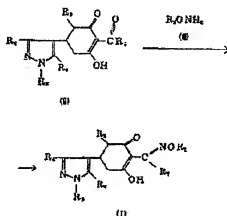
メチルフェニル、ジメチルフェニル、エチルフェニル等の置換フェニル基を例示することができ、好ましくはメチル基、フェニル基を併げることもできる。

[illegible]

π 、 i —プロピルアミノ、ジメチルアミノ、
 ジエチルアミノ、ジプロピルアミノ、メ
 チルセチルアミノ、ジメチルプロピルアミノ、ジ
 エチルプロピルアミノ等のモノ又はジアルキルア
 ミノ基、フェノキシ基、セノチロフェノキシ基、
 ジチロフェノキシ基、トリチロフェノキシ基、
 モノプロモフェノキシ基、ジプロモフェノキシ基、
 トリプロモフェノキシ基、モノアロフェノキシ基、
 ジアロフェノキシ基、トリアロフェノキシ基、
 クロロフェノキシ基等の同一又係異つても
 多く1〜2個のハロゲン原子によつて置換され
 るフェニル基、メチルフェノキシ基、ジメチル
 フェノキシ基、トリメチルフェノキシ基、エチルフ
 ェノキシ基、ジエチルフェノキシ基、トリエチルフ
 ェノキシ基、メチルセチルフェノキシ基、プロピル
 フェノキシ基等の同一又係異つても多く1〜3個
 のアルキル基で置換可能なフェノキシ基、ア
 ルキル基を有する芳香族基とが好ましい。好ましくは核
 原子、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基
 等の原子とが好ましい。又一般に、 π 、 i —プロピルア

るシタロヘキセン族塩の塩として、例えばカリウム、ナトリウム等のアルカリ金属塩の他、マンガン、銅、亜鉛、鉄、バリウム等の塩を挙げることが出来る。

本発明の一般式(1)で表わされるジクロヘキサン誘導体の代表的な製造方法として下記に図示する製造方法を例示することができる。



(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 及び R_6 は前記同じ。)

即ち、一般式(II)で表わされる化合物と一般式(III)で表わされる化合物とを不活性溶媒中、塩基の存在下又は不存在下に反応させることにより一般式(II)で表わされるシクロヘキサン誘導体を得ることができる。

本発明で採用できる不活性溶媒としては本反応を等しく進行せしめるものであればよく、例えばメタノール、エタノール、プロパノール、シクロヘキサノール等のアルコール類、塩化メチレン、ジクロロメタン、クロロホルム等の塩化炭化水素、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素、酢酸エチル、メチルアセタール等のエーテル類、アセトニトリル等のニトリル類、ジオキサン、テトラヒドロフラン等の飽和五元環状エーテル類を示すことができる。

本発明で採用できる塩基としては、無機塩基としては例えばナトリウム、カリウム、マグネシウム又はカルシウム等のアルカリ金属又はア

ルカリ土類金属の水酸化物、炭酸塩、アルコラート等を挙げることができ、有機塩基としてはトリエチルアミン等の第三級アミン、ピリジン等を例示することができる。

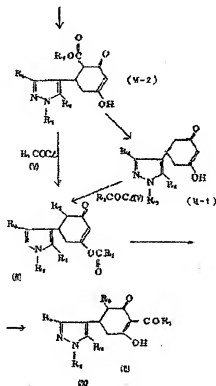
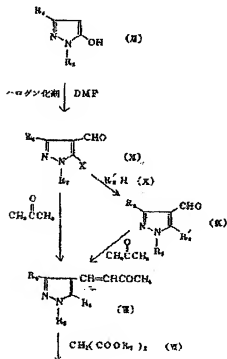
本反応は零次反応であるので反応剤は等モル使用すれば良いが一般式(II)又は一般式(III)で表わされる化合物を過剰に使用しても良い。

反応温度は0℃乃至室温の狭い範囲の範囲から選択すればよく好ましくは10℃乃至50℃の範囲から選択すれば良い。

反応時間は反応剤の量及び反応濃度によって一定しないが、数分乃至48時間の範囲から選択すれば良い。

反応終了後例えば溶媒抽出等の常法によって処理し、ドライクロマトグラフィー又は再結晶等の操作で精製することによって目的とする一般式(II)で表わされるシクロヘキサン誘導体を得ることができる。

一般式(II)で表わされる化合物は例えば下記に示す方法により製造することができる。



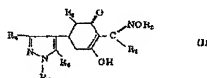
(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 及び R_5 は前記に同じくし、 X はハロゲン原子を示し、 R_1 は炭素原子数1～5のアルキル基、炭素原子数1～5のアルコキシ基、炭素原子数1～5のアルキルチオ基、炭素原子数1～5のアルキルスルフィニル基、アルキル基の炭素原子数が1～5で同一でも異ってもよいモノ又はジアルキルアミノ基、フェニル基、ハロゲン原子及び/又は炭素原子数1～5のアルキル基で置換されたフェニル基、又はフェニルチオ基を、 R_2 は炭素原子数1～5のアルキル基を示す。)

即ち、一般式(6)で表わされる化合物をウイヌマイナー反応により一般式(7)で表わされる化合物とし、該化合物を一般式(8)で表わされる化合物と反応させて一般式(9)で表わされる化合物とし、該化合物又は一般式(9)で表わされる化合物をアセトンと反応させて一般式(10)で表わされる化合物とし、該化合物(10)を一般式(11)で表わされる化合物と反応させて一般式(12)で表わされる化合物とし、該化合物(12)を炭化カルボ

ン酸処理することにより一般式(13)で表わされる化合物とし、該化合物(13)又は一般式(14)で表わされる化合物と一般式(10)で表わされる化合物とを反応させて一般式(11)で表わされる化合物とし、該化合物を炭化カルボニルすることにより一般式(12)で表わされる化合物を製造することができる。

本発明の一般式(11)で表わされる化合物の代表例を図1に例示するが本発明はこれらに限定されるものではない。

一般式(11)：



(11)

第 1 表

例	R_1	R_2	R_3	R_4	R_5	物 性
1	CH_3	CH_3	H	CH_3	CH_3	$d_4^{25} 1.3710$
2	CH_3	CH_3	H	CH_3	CH_3	m.p. 91.8°C
3	CH_3	CH_3	H	CH_3	CH_3	m.p. 84.7°C
4	CH_3	C_2H_5	H	CH_3	CH_3	$d_4^{25} 1.3521$
5	CH_3	C_2H_5	H	CH_3	CH_3	$d_4^{25} 1.3549$
6	CH_3	C_2H_5	H	CH_3	CH_3	$d_4^{25} 1.3777$
7	CH_3	C_2H_5	H	CH_3	CH_3	$d_4^{25} 1.3723$













例	R_1	R_2	R_3	R_4	R_5	物 性
8	CH_3	C_2H_5	H	CH_3	CH_3	$d_4^{25} 1.3728$
9	CH_3	C_2H_5	H	CH_3	CH_3	$d_4^{25} 1.3559$
10	CH_3	C_2H_5	H	CH_3	CH_3	$d_4^{25} 1.3587$
11	CH_3	C_2H_5	H	CH_3	CH_3	m.p. 84.0°C
12	CH_3	C_2H_5	H	CH_3	CH_3	m.p. 124.6°C
13	CH_3	C_2H_5	H	CH_3	CH_3	m.p. 84.0°C
14	CH_3	C_2H_5	$COOCH_3$	CH_3	CH_3	$d_4^{25} 1.3518$










Δ	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	μ ₀
26	C ₆ H ₅	CH ₃	H	C ₆ H ₅	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15374
27	C ₆ H ₅	CH ₃	COOCH ₃	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹²⁷ 15277
28	C ₆ H ₅	CH ₃	COOC ₆ H ₅	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15275
29	C ₆ H ₅	CH ₃	COOC ₂ H ₅	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹²⁷ 15417
30	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15417
31	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15417
32	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15417
33	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15417
34	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15417
35	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15417














Δ	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	μ ₀
13	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15576
14	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
15	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
16	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
17	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
18	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
19	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
20	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
21	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582


















Δ	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	μ ₀
36	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
37	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
38	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
39	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
40	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
41	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
42	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
43	C ₆ H ₅	CH ₃	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582

Δ	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	μ ₀
22	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
23	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
24	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
25	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
26	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582
27	CH ₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	Cl	μ ₀ ¹⁴⁵ 15582

№	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	物 性
14	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃ 	n _D ²⁰ 1.5807 CH ₃ 
45	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	n _D ²⁵ 1.5742 C ₆ H ₅ 
44	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	1-C ₆ H ₄ 	m.p. 9.60°C C ₆ H ₅ 
47	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	n _D ²⁵ 1.5783 C ₆ H ₅ 
48	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃ 	結晶性 CH ₃ 
49	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃ 	n _D ²⁵ 1.5423 CH ₃ 

№	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	物 性
56	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H	CH ₃ 	CH ₃ 	CH ₃ 	結晶性 n _D ²⁰ 1.5248
57	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	n _D ²⁰ 1.5248
58	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	COOCH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	n _D ²⁰ 1.5287
59	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	COOCH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	n _D ²⁰ 1.5332
60	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	COOCH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	n _D ²⁰ 1.5490
61	C ₆ H ₅	n-C ₆ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	n _D ²⁴ 1.5362
62	C ₆ H ₅	1-C ₆ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	n _D ²⁵ 1.5554

№	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	物 性
50	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃ 	n _D ²⁵ 1.5784 CH ₃ 
51	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃ 	結晶性 CH ₃ 
52	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃ 	m.p. 10.19°C CH ₃ 
53	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H	C ₆ H ₅	CH ₃	CH ₃ 	n _D ²⁵ 1.5480 CH ₃ 
54	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H	1-C ₆ H ₅	CH ₃	CH ₃ 	結晶性 CH ₃ 
55	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	H		CH ₃	CH ₃ 	結晶性 CH ₃ 

№	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	物 性
63	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅ 	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	m.p. 13.20°C C ₆ H ₅ 
64	C ₆ H ₅	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	m.p. 54.4°C C ₆ H ₅ 
65	C ₆ H ₅	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	n _D ²⁰ 1.5425 C ₆ H ₅ 
66	C ₆ H ₅	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	n _D ²⁰ 1.5476 C ₆ H ₅ 
67	C ₆ H ₅	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	n _D ²¹ 1.5598 C ₆ H ₅ 
68	C ₆ H ₅	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	n _D ²⁴ 1.5655 C ₆ H ₅ 
69	C ₆ H ₅	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	n _D ²⁵ 1.5582 C ₆ H ₅ 
70	C ₆ H ₅	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅ 	m.p. 84.4°C C ₆ H ₅ 

Δ	R_1	R_2	R_3	R_4	R_5	R_6	R_7	R_8
71	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5444$
72	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5728$
73	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5818$
74	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5887$
75	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5721$

Δ	R_1	R_2	R_3	R_4	R_5	R_6	R_7	R_8
76	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5672$
77	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5811$
78	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5875$
79	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5710$
80	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5779$
81	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5779$

Δ	R_1	R_2	R_3	R_4	R_5	R_6	R_7	R_8
82	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5442$
83	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5722$
84	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5819$
85	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5860$
86	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5894$
87	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5840$
88	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5818$

Δ	R_1	R_2	R_3	R_4	R_5	R_6	R_7	R_8
89	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5855$
90	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5724$
91	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5807$
92	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5772$
93	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5848$
94	C_6H_5	$CH_2CH=CH_2$	H	CH_3	CH_3	$CH_2C_6H_5$	O	$n_D^{20} 1.5818$

λ	R_1	R_2	R_3	R_4	R_5	R_6	物 质
95	C_6H_5	$CH_3CH=CHCH_2CH_2CH_3$	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	染料 $\lambda_{D}^{25} 53717$ $\lambda_{D}^{25} 53715$
94	C_6H_5	$CH_3CH=CHCH_2CH_2CH_3$	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53515$
97	C_6H_5	$CH_3CH=CHCH_2CH_2CH_3$	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53515$
98	C_6H_5	$CH_3CH=CHCH_2CH_2CH_3$	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53515$
99	C_6H_5	$CH_3CH=CHCH_2CH_2CH_3$	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53515$
100	$n-C_6H_{13}$	$CH_3CH=CHCH_2CH_2CH_3$	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53515$
101	$n-C_6H_{13}$	$CH_3CH=CHCH_2CH_2CH_3$	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53515$

λ	R_1	R_2	R_3	R_4	R_5	R_6	物 质
102	$n-C_6H_{13}$	CH_3	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53515$
103	$n-C_6H_{13}$	CH_3	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53515$
104	$n-C_6H_{13}$	CH_3	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53515$
105	$n-C_6H_{13}$	CH_3	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53515$
106	$n-C_6H_{13}$	CH_3	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53515$
107	$n-C_6H_{13}$	CH_3	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53515$
108	$n-C_6H_{13}$	CH_3	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53515$

λ	R_1	R_2	R_3	R_4	R_5	R_6	物 质
109	$n-C_6H_{13}$	C_6H_5	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53717$
110	$n-C_6H_{13}$	C_6H_5	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53717$
111	$n-C_6H_{13}$	C_6H_5	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53717$
112	$n-C_6H_{13}$	C_6H_5	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53717$
113	$n-C_6H_{13}$	C_6H_5	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53717$
114	$n-C_6H_{13}$	C_6H_5	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53717$
115	$n-C_6H_{13}$	C_6H_5	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53717$
116	$n-C_6H_{13}$	C_6H_5	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53717$


λ	R_1	R_2	R_3	R_4	R_5	R_6	物 质
117	$n-C_6H_{13}$	C_6H_5	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53717$
118	$n-C_6H_{13}$	C_6H_5	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53717$
119	$n-C_6H_{13}$	C_6H_5	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53717$
120	$n-C_6H_{13}$	C_6H_5	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53717$
121	$n-C_6H_{13}$	C_6H_5	H	CH_3	CH_3	C_6H_5	$\lambda_{D}^{25} 53717$




炭素数	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	物性
122	n-C ₁₀ H ₇	H	C ₁₀ H ₇	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 15.575
123	n-C ₁₁ H ₉	H	C ₁₁ H ₉	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 15.747
124	n-C ₁₂ H ₁₁	H	C ₁₂ H ₁₁	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 15.742
125	n-C ₁₃ H ₁₃	H	C ₁₃ H ₁₃	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 15.764
126	n-C ₁₄ H ₁₅	CH ₃	C ₁₄ H ₁₅	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 15.814
127	n-C ₁₅ H ₁₇	CH ₃	C ₁₅ H ₁₇	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 15.849
128	n-C ₁₆ H ₁₉	CH ₃	C ₁₆ H ₁₉	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 15.849

炭素数	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	物性
129	n-C ₁₇ H ₂₁	C ₁₇ H ₂₁	CH ₃	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 15.850
130	n-C ₁₈ H ₂₃	C ₁₈ H ₂₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 15.894
131	n-C ₁₉ H ₂₅	n-C ₁₉ H ₂₅	CH ₃	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 15.944
132	n-C ₂₀ H ₂₇	n-C ₂₀ H ₂₇	CH ₃	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 15.994
133	n-C ₂₁ H ₂₉	CH ₃ CH ₂ CH ₂	CH ₃	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 16.044
134	n-C ₂₂ H ₃₁	CH ₃ CH ₂ CH ₂	CH ₃	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 16.094
135	n-C ₂₃ H ₃₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂	CH ₃	CH ₃	CH ₃	OC ₂ H ₅	n _D ²⁰ 16.144

炭素数	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	物性
136	n-C ₂₄ H ₃₅	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁰ 16.194
137	n-C ₂₅ H ₃₇	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁰ 16.244
138	n-C ₂₆ H ₃₉	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁰ 16.294
139	n-C ₂₇ H ₄₁	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁰ 16.344
140	n-C ₂₈ H ₄₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁰ 16.394
141	n-C ₂₉ H ₄₅	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁰ 16.444
142	n-C ₃₀ H ₄₇	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁰ 16.494

炭素数	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	物性
143	n-C ₃₁ H ₄₉	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁰ 16.544
144	n-C ₃₂ H ₅₁	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁰ 16.594
145	n-C ₃₃ H ₅₃	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁰ 16.644
146	n-C ₃₄ H ₅₅	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁰ 16.694
147	n-C ₃₅ H ₅₇	CH ₃ CH ₂ CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁰ 16.744

No.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	μ _D
143	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	H	CH ₃		OCH ₃	n _D ²⁰ 1.4713
147	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	H	C ₆ H ₅	CH ₃	C ₆ H ₅	n _D ²⁰ 1.5418
150	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	CH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅	n _D ²⁰ 1.5115
151	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	SO ₃ H-1	CH ₃	CH ₃	SO ₃ H-1	n _D ²⁰ 1.5518
152	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	COOCH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅	n _D ²⁰ 1.5517
153	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	COOCH ₃	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅	n _D ²⁰ 1.5500
154	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅	n _D ²⁰ 1.5575
155	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	OCH ₃	n _D ²⁰ 1.5372

No.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	μ _D
156	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	H	CH ₃		OCH ₃	n _D ²⁰ 1.5632
157	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	H	CH ₃		SO ₃ H	n _D ²⁰ 1.5745
158	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅	n _D ²⁰ 1.5408
159	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅	n _D ²⁰ 1.5500
160	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	OCH ₃	n _D ²⁰ 1.5371
161	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	H	CH ₃		OCH ₃	n _D ²⁰ 1.5744
162	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	COOCH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅	C ₆ H ₅	n _D ²⁰ 1.5332

第1表中の化合物は、本発明の化合物のNMR（核磁気共鳴スペクトル）データを第2表に示す。

第2表

化合物No.	δ CDCl ₃ , TMS (ppm)
27	1.17 (t, 3H), 2.27 (s, 3H), 2.47~2.57 (m, 7H), 5.59 (s, 5H), 5.66 (s, 5H), 2.16~2.77 (m, 5H)
40	1.20 (t, 3H), 1.55 (t, 3H), 2.29 (s, 3H), 2.46~2.61 (m, 7H), 2.61 (s, 5H), 4.12 (q, 2H), 2.08 (m, 5H)
51	1.17 (t, 3H), 1.52 (t, 3H), 2.24 (s, 3H), 2.48~2.47 (m, 7H), 5.60 (s, 5H), 4.10 (q, 2H), 2.29 (d, 2H), 2.55 (d, 2H)
54	1.26 (t, 3H), 1.27 (d, 6H), 1.80 (t, 3H), 2.53~2.40 (m, 7H), 2.75 (s, 5H)
55	1.14 (t, 3H), 1.29 (t, 3H), 2.5~2.6 (m, 7H), 2.66 (s, 3H), 4.07 (d, 2H), 2.37 (s, 5H)

No.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	μ _D
145	n-C ₁₂ H ₂₅	CH ₃ -CH=CH ₂	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅	n _D ²⁰ 1.5332

的除草剤として使用する場合には、本発明化合物又はその塩を1ヘクタールあたり0.5g-5kgの範囲で播種すれば良く、好ましくは1-2kgの範囲から選択して処理すれば良い。

本発明除草剤を他の除草剤と混用する場合又は、多くの場合、単用の場合よりも除草量で有効となることを考慮すれば本発明化合物の投与量は更に少ない減量範囲から選択することも可能である。

本発明除草剤は、とりわけ畑作物の播種の出芽前から生育期の早期剤として価値があり、更に防除対象草種、防除時期の拡大のため或いは減量の減量をばかるために他の除草剤と混合使用することも可能で、本発明の範囲に属する。

本発明の除草剤と混合して使用できる除草剤としては例えば、

カーバメート系除草剤

メタム3,4-ジクロロフェニルカーバメート
(一般名スウェップ、Sweep)

インプロピル-N-プロピルフェニルカーバメート

5-(3,4-ジクロロフェニル)-1-メトキシ-1-メチルウレア (一般名リニコソ、Linuron)

3-(4-クロロフェニル)-1-メトキシ-1-メチルウレア (一般名モノリニコソ、Monolinuron)

3-(4-ブromo-5-クロロフェニル)-1-メトキシ-1-メチルウレア (一般名クロルプロロン、Chlorbromon)

アミナイド系除草剤

2-クロロ-2',4'-ジエチル-N-メトキシメタムアセトアニリド (一般名アラタロール、Alachlor)

N-ブトキシメタム-2-クロロ-2',6'-ジエチルアセトアニリド (一般名ブタクロール、Butachlor)

2-クロロ-2',6'-ジエチル-N-(2-エポキシエチル)アセトアニリド (一般名プレタラロール、Pretilachlor)

2-クロロ-N-インプロピルアセトアニリド

ト (一般名クロルプロファム、Chloropham)

2-(p-クロロベンジル)ジエチルチオカーバメート (一般名ベンチオカーブ、Benthiocarb)

3-エチルN,N'-ヘキサメチレンチオカーバメート (一般名モリネート、Molinate)

[(メトキシカルボニル)アミノ]フェニル(3-ノナルフェニル)カーバメート (一般名フェンメジファム、Phenmedipham)

エチル3-フェニルカーボモイルチオカーバメート (一般名デスメジファム、Desmedipham)

クレア系除草剤

5-(3,4-ジクロロフェニル)-1,1-ジメチルウレア (一般名ジクロン、Diuron)

1,1-ジメチル-5-[α,α,α-トリフルオロ-m-トリル]クレア (一般名フルオメタロン、Fluometuron)

5-(4-(4-クロロフェノキシ)フェニル)-1,1-ジメチルウレア (一般名クロロクスロン、Chloroxuron)

D (一般名プロパクロール、Propachlor)

3,4-ジクロロプロピオンアミド (一般名プロパニル、Propanil)

ジメトロフェニル系除草剤

4,6-ジエトロー-4-クロロ-2-ニトロ-DNOC)

2-2-ブチル-4,6-ジメトロフェニル (一般名ジノメブ、Dinoseb)

2-2-ブチル-4,6-ジメトロフェニル (一般名ジノメブ、Dinoseb)

N,N'-ジエチル-4,6-ジメトロー-4-トリフルオロメタム-N-メチルエチルウレア (一般名ジエトリン、Dinitramine)

α,α,α-トリフルオロ-2,6-ジエトロー-N,N'-ジプロピル-N-メチルイジン (一般名トリフルリン、Trifluralin)

1-メチル-N,N'-ジエチル-2,6-ジエトロー-N,N'-ジプロピル-N-メチルイジン (一般名トリジン、Nitralin)

N-(1-エチルプロピル)-2,6-ジエトロー

-5,6-キサンチン (一般名ペンディメチリン、
Pendimethalin)

フェノキシカルボン酸系除草剤

2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 (一般名2,4-
-D)

2,4,5-トリクロロフェノキシ酢酸 (一般名
2,4,5-T)

4-クロロ-2-トリメチルオキシ酢酸 (一般名
MCPA)

4-(4-クロロ-2-トリメチルオキシ) 酢酸
(一般名 MCPB)

2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 (一般名2,4-
-DB)

2-(4-クロロ-2-トリメチルオキシ) プロピ
オン酸 (一般名メロプロパ、Mecoprop)

2-(2,4-ジクロロフェノキシ) プロピオン
酸 (一般名ジクロプロパ、Dichloroprop)

{BS}-2-(4-(2,4-ジクロロフェノキシ)
フェノキシ) プロピオン酸 (一般名ジクロロ
プロパ、Dichloroprop) 及びそのエステル類

2,4,6-トリクロロフェニル-4'-ニトロフ
エニルエーテル (一般名クロルニトロフェン、
Chlornitrofen)

5-(2,6-ジクロロフェノキシ)-3-メ
トキシ-4'-ニトロフェニルエーテル (一般名
クロメトキシフェン、Chlormethoxyfen)

メタル5-(2,4-ジクロロフェノキシ)-
2-ニトロベンゾエート (一般名ビフェノ
ス、Bifenox)

4-ニトロフェニル-2,6-ニトリアル-
2-ニトロ-4-トリメチルエーテル (一般名フル
オロジフェン、Fluorodifen)

2-クロロ-4-トリメチルオロメタルフエ
ニル-2-ニトリル-4-ニトロフェニルエーテル
(一般名オキシフルオロフェン、Oxyfluorfen)

3-(2-クロロ-2,6,6-トリメチルオロ-
トリメチルオキシ)-2-ニトロ安息香酸 (一
般名アシルフルオロフェン、Acifluorfen)

複素系除草剤

3,4-ジクロロピリジン-2-カルボン酸

カルボン酸系除草剤

2,2-ジクロロプロピオン酸 (一般名ダラ
ボ、Dalapon)

トリクロロ酢酸 (一般名TCA)

2,6,6-トリクロロ安息香酸 (一般名2,6,6-
-TBA)

3,6-ジクロロ-2-アミノ-2-アセト
(一般名ジカンバ、Dicamba)

5-アミノ-2,5-ジクロロ安息香酸 (一
般名クロルアムベン、Chloramben)

ベンゾニトリル系除草剤

2,4-ジクロロベンゾニトリル (一般名ジ
クロニル、Dichlobenil)

3,5-ジクロロ-4-ヒドロキシベンゾ
ニトリル (一般名ブロモキシニル、Bromoxynil)

4-ヒドロキシ-3,5-ジクロロ-2-ベン
ゾニトリル (一般名イオキシニル、Ioxynil)

ジフェニルエーテル系除草剤

2,4-ジクロロフェニル-4'-ニトロフェ
ニル (一般名ニトロフェン、Nitrofen)

(一般名クロピラリド、Clopyralid)

4-アミノ-5,5,6-トリクロロピリ
ジン-2-カルボン酸 (一般名ピコラミ、Picloram)

{BS}-2-(4-(5-トリクロロメチル-2-
ピリジニルオキシ)フェノキシ) プロピオン
酸 (一般名フルアジホップ、Flusaricop) 及びそ
のエステル類

4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-1,3-
ジメチルピラゾール-5-イル-2-ニトロ
フェニルエーテル (一般名ピラゾレート、Pyrazolate)

1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロベン
ゾイル)-5-メチルピラゾール-5-イル-
2-ニトロフェニルエーテル (一般名
ピラゾキソフェン、Pyrazoxyfen)

4-(2,4-ジクロロ-5-メチルベン
ゾイル)-1,3-ジメチルピラゾール-5-イル-
2-ニトロフェニルエーテル (コード番号MY-
74)

5-アミノ-4-クロロ-2-フェニル
ピリジン-5(2H)-オン (一般名クロリ
ダゾン、Chloridazon)

5-シクロヘキシル-1,5,6,7-テトラヒ
ドロシクロペンタジリジン-2,4 (3H)-ジ
オン (一般名レンセシル, Lencil)

5-プロモ-3-エプタール-6-メチルシラ
シル (一般名プロマシル, Bronacil)

3-1-エプタール-5-クロロ-6-メチルシラ
シル (一般名ターベシル, Terbacil)

4-アミノ-3-メチル-6-フェニル-1,
2,4-トリアジン-5 (4H)-オン (一般名メ
タミロン, Metamizol)

4-アミノ-6-ヒメプタール-5-メチルテ
オ-1,2,4-トリアジン-5 (4H)-オン (一般
名メトリブリン, Metribuzin)

5-インプロピル-1(H)-2,1,5-ベンゾサ
アジアジン-4 (3H)-オン 2,2-ジメチル
(一般名ベンタゾン, Bentazone)

2-クロロ-4,6-ビス (ニチルアミノ)-
1,5,5-トリアジン (一般名シマジン, Simazine)

2-クロロ-4-ニチルアミノ-6-ニソプ
ロピルアミノ-1,6,5-トリアジン (一般名ア
トラジン, Atrazine)

トラジン, Atrazine)

2,4-ビス (1-プロピルアミノ)-4-ノ
タルタオ-1,5,5-トリアジン (一般名プロ
トリン, Prometryn)

1-{2-クロロフェニルスルホニル}-5-
(4-メトキシ)-6-メチル-1,5,5-トリ
アジン-2-イル) ワンフ (一般名クロルスル
ロン, Chlorsulfuron)

2-{[(4,6-ジメトキシピリジン-2-イ
ル)アミノカルボニル]アミノスルホニルメ
チル}安息香酸メチルエステル (コード名 JFX-
84)

その他の除草剤

N,N-ジメチルジフェニルアセトアミド (一
般名ジフェナミド, Diphenamid)

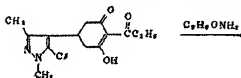
N-1-ナフチルアフラミン酸 (一般名ナプ
ラム, Naprazam)

等の除草剤を挙げることができる。

以下に不発明の代表的な実施例、比較例、処
方例を挙げるが本発明はこれらに限定されるも
のではない。

例 1

5-(5-クロロ-1,5-ジメチルピ
タゾール-4-イル)-2-{[1-エトキシ
インプロピル]-3-ヒドロキシ-2-シク
ロヘキセン-1-オン}の製造 (化合物 32)

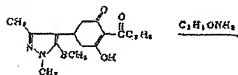


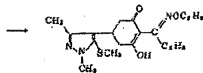
5-(5-クロロ-1,5-ジメチルピタゾール
-4-イル)-3-ヒドロキシ-2-プロピ
ニル-2-ジクロヘキセン-1-オン 2777
(1015 mg) をニチノール 10 ml に溶解し、

エトキシアミン 0.732 g (4.2 mmol) を含
むメタノール溶液 20 ml を加え室温で 8 時間溶
液中反応を行った。反応終了後溶液を減圧蒸
去し、飽和食塩水 50 ml を加え、希塩度で pH を
5 に調整し、目的物を酢酸エチル (70 ml × 3)
で抽出し、抽出液を乾燥後濃縮し、シリカゲ
ルカラムクロマトグラフィー (酢酸エチル:ヘ
キサン) で分離精製し目的物を純品として 672 g
を得た。

m.p. 72.8℃ 収率 92%

実施例 2 5-(1,5-ジメチル-4-メチ
ルピタゾール-4-イル)-2-{[1-エ
トキシインプロピル]-3-ヒドロキシ-2-
シクロヘキセン-1-オン}の製造 (化合物
33)





5-(1,3-ジメチル-5-メチルピラゾール-4-イル)-3-ヒドロキシ-2-プロピオール-2-シクロヘキセン-1-オン α616F (2ミリモル) をエタノール 20 ml に溶解し、エトキシアミン α421F (2ミリモル) を含むエタノール溶液 3 ml を加え室温で 6 時間攪拌下反応を行う。反応終了後、溶液を減圧蒸発し、飽和食塩水 20 ml を加え、酢酸エタール (50 ml × 3) で目的物を抽出し、抽出液を乾燥後濃縮し、シリカゲルカラムクロマトグラフィー (酢酸エタール:ヘキサン) で分離精製し目的物を油状物として α553F を得た。

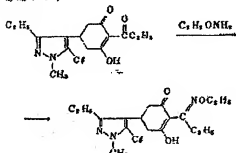
$\alpha_D^{25} 1.5621$ 収率 44%

実施例 3 5-(5-クロロ-3-メチル-1-フェニルピラゾール-4-イル)-3-ヒドロキシ-2-プロ

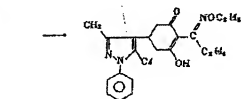
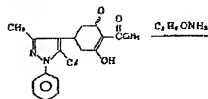
ピラゾール-4-イル)-3-ヒドロキシ-2-プロピオール-2-シクロヘキセン-1-オン α616F (2ミリモル) を含むエタノール溶液 30 ml を加え室温で 6 時間攪拌下反応を行う。反応終了後、溶液を減圧蒸発し、酢酸エタール (50 ml × 3) で目的物を抽出し、抽出液を乾燥後濃縮し、シリカゲルカラムクロマトグラフィー (酢酸エタール:ヘキサン) で分離精製し目的物を油状物として α553F を得た。

$\alpha_D^{25} 1.5755$ 収率 72%

実施例 4 5-(5-クロロ-3-エチル-1-メチルピラゾール-4-イル)-2-(1-エトキシ-1-プロピル)-3-ヒドロキシ-2-シクロヘキセン-1-オンの製造 (化合物 α55)



5-(1-エトキシ-1-プロピル)-3-ヒドロキシ-2-シクロヘキセン-1-オンの製造 (化合物 α47)

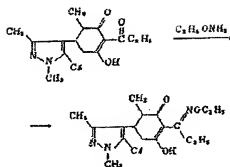


5-(5-クロロ-3-メチル-1-フェニルピラゾール-4-イル)-3-ヒドロキシ-2-プロピオール-2-シクロヘキセン-1-オン α717F (2ミリモル) をエタノール 40 ml に溶解し、エトキシアミン α444F (2ミリ

5-(5-クロロ-3-エチル-1-メチルピラゾール-4-イル)-3-ヒドロキシ-2-プロピオール-2-シクロヘキセン-1-オン α553F (5ミリモル) を含むエタノール溶液 10 ml を加え室温で 12 時間攪拌下反応を行う。反応終了後、溶液を減圧蒸発し、飽和食塩水 40 ml を加え、ジエチルエーテル (70 ml × 3) で目的物を抽出し、抽出液を乾燥後濃縮し、シリカゲルカラムクロマトグラフィー (酢酸エタール:ヘキサン) で分離精製し目的物を油状物として α55F を得た。

$\alpha_D^{25} 1.5490$ 収率 88%

実施例 5 5-(5-クロロ-1,3-ジメチルピラゾール-4-イル)-2-(1-エトキシ-1-プロピル)-3-ヒドロキシ-6-メチル-2-シクロヘキセン-1-オンの製造 (化合物 α57)

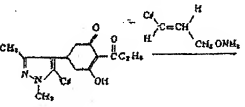


5-(5-クロロ-1,3-ジメチルピラゾール-4-イル)-3-ヒドロキシ-6-メチル-2-プロピオニル-2-シクロヘキセン-1-オン0.421g (2.2ミリモル)をエタノール20mlに溶解し、エタナミン0.147g (2.2ミリモル)を含むエタノール溶液5mlを加え室温で4時間攪拌下反応を行う。反応終了後、溶液を減圧蒸発し、飽和食塩水30mlを加え、酢酸エチル(20ml×3)で目的物を抽出し、抽出液を硫酸炭酸抽出し、シリカゲルカラムクロマト

(3.5ミリモル)をエタノール30mlに溶解し、ピコリン酸ピコリン塩酸塩0.455g (3.5ミリモル)を加え室温で7時間攪拌下反応を行う。反応終了後、溶液を減圧蒸発し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(酢酸エチル:ヘキサン)で分離精製し目的物を固状物として0.712gを得た。

n_D^{25} 1.5560 収率45%

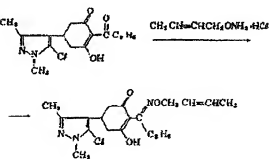
実施例7 同-5-(5-クロロ-1,3-ジメチルピラゾール-4-イル)-2-[1-(3-クロロ-2-プロペニルオキシ)プロピル]-3-ヒドロキシ-2-シクロヘキセン-1-オンの製造(化合物93)



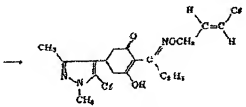
グラフィー(酢酸エチル:ヘキサン)で分離精製し目的物を固状物として0.558gを得た。

n_D^{25} 1.5245 収率75%

実施例4 5-(5-クロロ-1,3-ジメチルピラゾール-4-イル)-2-[1-(3-クロロオキシ)プロピル]-3-ヒドロキシ-2-シクロヘキセン-1-オンの製造(化合物97)



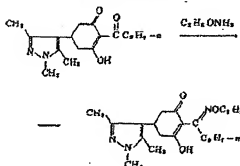
5-(5-クロロ-1,3-ジメチルピラゾール-4-イル)-3-ヒドロキシ-2-プロピオニル-2-シクロヘキセン-1-オン0.590g



5-(5-クロロ-1,3-ジメチルピラゾール-4-イル)-3-ヒドロキシ-2-プロピオニル-2-シクロヘキセン-1-オン0.97g (5.0ミリモル)をエタノール50mlに溶解し、(2)-5-クロロ-2-プロペニルオキシプロピル0.421g (1.2ミリモル)を含むエタノール溶液20mlを加え室温で8時間攪拌下反応を行う。反応終了後、溶液を減圧蒸発し、飽和食塩水50mlを加え、希塩酸でpHを5に調整した後酢酸エチル(70ml×3)で目的物を抽出し、抽出液を硫酸炭酸抽出し、シリカゲルカラムクロマトグラフィー(酢酸エチル:ヘキサン)で分離精製し目的物を固状物として0.551gを得た。

n_D^{25} 1.5560 収率71%

実施例8 2-(1-エトキシ1ノブチル)-5-ヒドロキシ-5-(1,3,5-トリメチルピラゾール-4-イル)-2-シクロヘキセン-1-オンの製造(化合物110)



2-ブチル-5-ヒドロキシ-5-(1,3,5-トリメチルピラゾール-4-イル)-2-シクロヘキセン-1-オン(1.5g)をエタノール10mlに溶解し、エトキシアミン0.147g(2.2ミリモル)を含むエタノール溶液を加え室温で4時間後於下反応を行う。

2-ブチル-5-ヒドロキシ-5-(5-メトキシ-1,3-ジメチルピラゾール-4-イル)-2-シクロヘキセン-1-オン(1.5g)(5.6ミリモル)をエタノール20mlに溶解し、エトキシアミン0.146g(2.2ミリモル)を含むエタノール溶液を加え室温で10時間後於下反応を行う。反応終了後、溶液を減圧蒸発し、残留物を加え、乾燥剤を加え、50℃で2時間乾燥した後、エタノール(50ml×3)で目的物を抽出し、抽出液を乾燥剤で濃縮し、シリカゲルカラムクロマトグラフィー(即酸エタノール:ヘキサン)で分離精製し目的物を結晶として140Fを得た。

mp. 63.7℃

収率85%

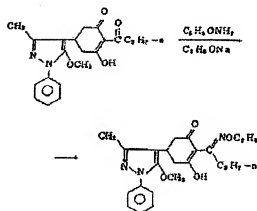
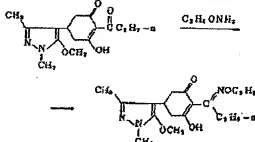
実施例10 2-(1-エトキシ1ノブチル)-5-ヒドロキシ-5-(5-メトキシ-5-メチル-1-フェニルピラゾール-4-イル)-2-シクロヘキセン-1-オンの製造(化合物121)

反応終了後、溶液を減圧蒸発し、残留物を加え、乾燥剤を加え、50℃で2時間乾燥した後、エタノール(50ml×3)で目的物を抽出し、抽出液を乾燥剤で濃縮し、シリカゲルカラムクロマトグラフィー(即酸エタノール:ヘキサン)で分離精製し目的物を結晶として155Fを得た。

mp. 155.8℃

収率85%

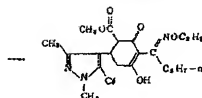
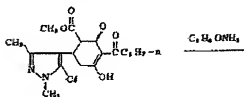
実施例9 2-(1-エトキシ1ノブチル)-5-ヒドロキシ-5-(5-メトキシ-1,3-ジメチルピラゾール-4-イル)-2-シクロヘキセン-1-オンの製造(化合物111)



2-ブチル-5-ヒドロキシ-5-(5-メトキシ-5-メチル-1-フェニルピラゾール-4-イル)-2-シクロヘキセン-1-オン(1.5g)(5.6ミリモル)をエタノール20mlに溶解し、エトキシアミン塩酸塩0.225g(2.2ミリモル)とナトリウムエタレート0.165g(2.2ミリモル)を加え室温で8時間後於下反応を行

ろ、反応終了後、溶液を減圧留去し、水和大塩水 50 ml を加え溶液で pH を 5 に調整した後、酢酸エチル (50 ml × 5) で目的物を抽出し、抽出液を乾燥後蒸留し、シリカゲルカラムクロマトグラフィー（酢酸エチル：ヘキサン）で分離精製し目的物を精製物として 0.575g を得た。
 n_D^{20} 1.5477 収率 71%

実施例 15 4-(5-チオ-1,3-ジメチルピラゾール-4-イル)-3-(1-エトキシイミダゾール)-4-ヒドロキシ-2-オキソ-1-ヒドロヘキサンカルボン酸メチルエステルの製造（化合物 128）



3-ブチル-6-(5-チオ-1,3-ジメチルピラゾール-4-イル)-4-ヒドロキシ-2-オキソ-1-ヒドロヘキサンカルボン酸メチルエステル 0.757g (2.5 mmol) をエタノール 20 ml に溶解し、エトキシアミン 0.621g (2.5 mmol) を含むエタノール溶液 5 ml を加え室温で 4 時間撹拌下反応を行う。反応終了後、溶液を減圧留去し、飽和食塩水 20 ml を加え、酢酸エチル (50 ml × 5) で目的物を抽出し、抽出液を乾燥後蒸留し、シリカゲルカラムクロマトグラフィー（酢酸エチル：ヘキサン）で分離精製し目的物を精製物として 0.725g を得た。

n_D^{20} 1.5240

収率 88%

試験例 1：出芽菌の細胞抽出に対する効果

10 cm × 30 cm × 高さ 5 cm のポリエチレン製バットに土壌をつき、細菌培養であるエンバク、ノビエを、又作物としてコムギ、ダイズを接種し土した。

これに有効成分（結晶性無水化合物）を所定濃度の散布液として処理した。処理 4 日後に無処理と比較してそれぞれ除草効果を調査し、次の表で結果を行なった。

除草活性の判定基準

- 5 → 5% 以上 100% 除草
- 4 → 8% 以上 95% 除草
- 3 → 7% 以上 85% 除草
- 2 → 5% 以上 70% 除草
- 1 → 5% 以上 50% 除草
- 0 → 5% 未満

結果を表 5 に示す。

表 5

化合物 No.	系 量 (g/ha)	作物 種		播 草 種	
		コムギ	ダイズ	エンバク	ノビエ
3	800	3	0	3	5
4	800	5	0	4	5
9	800	1	0	5	5
15	800	5	0	5	8
16	800	5	0	4	5
24	800	4	0	5	5
26	800	5	0	2	5
32	800	5	0	5	5
33	800	5	0	5	5
34	800	0	0	0	5
35	800	5	0	4	5
36	800	1	0	1	5
37	800	5	0	5	5
41	800	1	0	2	5
42	800	0	0	0	5
46	800	2	0	2	5

47	000	5	0	5	5
48	000	1	0	2	5
55	000	1	0	0	5
54	000	5	0	5	5
55	000	0	0	1	5
57	000	2	9	0	5
58	000	0	0	0	5
61	000	0	0	1	5
64	000	5	0	5	5
65	000	5	0	5	5
66	000	0	0	0	5
67	000	5	0	5	5
68	000	2	0	5	5
71	000	0	0	0	5
74	000	5	0	2	5
75	000	1	0	5	5
80	000	4	0	4	5
82	000	1	0	0	5
85	000	0	0	1	5

07	000	2	0	5	5
08	000	1	0	5	5
72	000	5	0	5	5
93	000	1	0	4	5
94	000	5	0	5	5
95	000	1	0	1	5
96	000	1	0	0	5
98	000	1	0	4	5
104	000	2	0	1	5
106	000	0	0	0	5
108	000	5	0	5	5
111	000	1	0	4	5
112	000	2	0	1	5
116	000	0	0	0	5
117	000	0	0	0	5
120	000	1	0	1	5
121	000	1	0	4	5
125	000	0	0	1	5
128	000	1	0	0	5

151	000	1	0	1	5
157	000	2	0	2	5
158	000	1	0	5	5
154	000	0	0	1	5
155	000	0	0	1	5
159	000	4	0	2	5
159	000	5	0	4	5
160	000	5	0	5	5

試験例 2 : 出芽後の菌糸培養に対する効果

10cm×20cm×高さ1cmのポリエチレン製
バットに、下記に示す有菌培養およびコムギ、
ダイズ種子を蒸気殺菌土し、各々下記菌糸に生育
させて、有菌成分を所定重量となるよう
に、選別を施した。

各組 14 日後に無菌部と比較して、菌糸培養
及びダイズ又は小麦に対する被害の菌糸を調査
した。

供試菌糸及びその選別並びにダイズ選別

エンバク 2 選別

ノビニ 2 選別

コムギ 2 選別

ダイズ 第 1 選別

切冠の菌糸は試験例 1 に準じる。結果を第 4 表
に示す。

第 4 表

化合物 名	重量 (g)	作 物 産 品		純 草 質	
		干 草	青 草	茎 草	ノ 草
3	803	5	0	5	3
4	800	4	3	5	5
9	800	4	5	5	4
13	890	5	2	5	5
14	800	4	2	5	5
24	800	5	0	4	4
24	800	5	0	5	5
31	800	5	2	5	5
55	800	5	0	5	5
54	800	5	0	5	5
55	800	5	0	5	5
54	800	5	0	5	5
57	800	5	0	5	5
61	800	5	0	4	6
42	800	1	5	2	2
46	800	2	5	5	5

47	800	5	0	5	5
48	800	4	0	5	5
53	800	4	1	5	5
54	800	3	0	4	5
63	800	0	1	3	3
57	800	3	0	3	5
56	800	2	0	4	5
41	800	1	0	3	4
44	800	5	4	5	5
45	800	5	0	5	5
44	800	2	0	5	5
47	800	5	0	5	5
60	800	5	0	4	2
71	800	1	5	4	2
74	800	5	0	5	5
75	800	2	0	5	5
66	800	2	0	5	5
65	800	2	0	5	4
85	800	1	0	2	4

87	800	5	2	4	5
88	800	5	1	5	5
92	800	5	1	5	5
93	800	5	2	5	5
94	800	5	0	5	5
95	800	5	0	5	5
94	800	5	0	5	5
98	800	5	0	5	5
104	800	5	0	4	5
106	800	5	0	3	5
106	800	5	0	5	5
111	800	5	0	5	5
112	800	5	0	5	5
114	800	1	5	5	5
117	800	1	5	3	2
120	800	2	0	5	5
121	800	2	0	5	5
125	800	5	1	5	5
129	800	0	0	4	5

131	800	2	0	5	5
137	800	5	0	5	5
138	800	5	0	5	5
154	800	5	0	5	5
155	800	5	0	5	5
158	800	5	0	5	5
159	800	5	0	5	5
160	800	5	0	5	5

処方例 1

化合物 1	50 部
クレー・ホワイトカーボンのクレー 食塩とする混合物	45 部
ポリオキシエチレンノニルフェニル エーテル	5 部

全剤一に混合を併用してなる成剤。

処方例 2

化合物 4	✓ 5 部
ペントナイト・クレーの混合物	90 部
リグニンスルホン塩カルシウム	5 部

を剤一に混合を併用し、適量の水を加えてよく混
練しし造粒してなる成剤。

処方例 3

化合物 5 1	50 部
キシレン	40 部
ポリオキシエチレンノニルフェニル エーテルとアルキルベンゼンスルホ ン酸カルシウムとの混合物	10 部

を剤一に混合してなる成剤。